COMPORTAMIENTO A FRACTURA INTERLAMINAR EN MATERIALES COMPOSITES DE MATRIZ EPOXI MODIFICADA

F. Mujika² A. de Benito¹ M. Atxega², B. Fernández¹, M. Jauregi², P. Nieto², I. Mondragon¹

Dpto. Ing. Química y M. Amb.¹ e Ing. Mecánica². Escuela Univ. Ingeniería T. Industrial Universidad del País Vasco/Euskal Herriko Unibertsitatea. Avda Felipe IV, 1B, 20011 San Sebastian. Tfno: (943) 455022. Fax: (943) 470197.

Resumen: Se estudian diversos métodos para caracterizar el comportamiento interlaminar para materiales composites. Se presentan el "Cizalladura en Viga Corta" (CVC) junto con otros dos métodos basados en la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal. Estos métodos son "Viga en Doble Voladizo" (VDV) y "Flexión con Entalla Final" (FEF). Estos métodos se utilizan para identificar la influencia de la adición de un termoplástico de alta temperatrua en la fractura interlaminar del composite.

Abstract: Experimental methods for characterizing interlaminar fracture behavior of composite materials are discussed. The classic short-beam shear test is presented along with two methods based on linear elastic fracture mechanics. These methods include the Double Cantilever Beam test (DCB) and the End-Notched Flexure tests (ENF). These methods are used for identifying the influence of a high temperature thermoplastic adition in the interlaminar fracture of the composite.

1. INTRODUCCIÓN

En este trabajo se estudia la delaminación de materiales composites epoxi/carbono, que constituye un modo crítico de fallo en los laminados composites. Históricamente, el ensayo "Cizalladura en Viga Corta" (CVC) o Short Beam Shear test (SBS) ASTM D-2344, ha sido el único método para medir la resistencia a la delaminación. Debido a las limitaciones de este método, surgieron otros métodos de ensayo. Estos métodos están basados en la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL) donde se mide la tasa crítica de liberación de energía de deformación, que es aquella parte de la energía elástica del cuerpo que se utiliza para el avance de la grieta. En este trabajo, además del CVC, se estudian dos tipos de ensayo para caracterizar la resistencia de los materiales composites al crecimiento de grietas interlaminares: el Double Cantilever Beam (DCB) o Viga en Doble Voladizo (VDV) y el End Notched Flexure (ENF) o Flexión con Entalla Final (FEF).

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 MATERIALES Y FABRICACIÓN

El material utilizado para hacer las muestras de laminado composite está formado por fibra de carbono en forma de tejido 51/49 de la casa Brochier (G-1051) y una matriz formada por una resina epoxi basada en una formulación de TGDDM de la casa Ciba-Geigy (Araldite MY9512) curada con DDM de la casa Fluka. El composite fabricado tiene 16 láminas con un contenido aproximado de fibra de un 60%.

Por otra parte, se han realizado modificaciones en la resina utilizando como modificador una polisulfona, PSu, de la casa Amoco, P-1700. Los contenidos en modificador han sido el 5 y el 15% sobre el peso de mezcla global.

Se han fabricado laminados planos de 16 láminas de dimensiones 190 x 190 x 2,6 mm. Los laminados se han curado en una prensa SATIM, modelo P.M.L.1, de platos calientes; estos laminados, además del ciclo de temperatura de curado, han sido sometidos a un ciclo de presión para compactar el laminado y evitar la presencia de burbujas en éste. La necesidad de crear una pregrieta en las probetas que se someterán a ensayos en modo I y II se ha resuelto introduciendo, durante la colocación de las láminas, un film de Teflón en uno de los extremos del laminado en la mitad de su espesor.

2.2 MÉTODOS DE ENSAYO

2.2.1 Cizalladura en Viga Corta (CVC); Short Beam Shear test (SBS)

Durante muchos años el ensayo CVC ha sido el único utilizado en la caracterización de materiales composites respecto a la delaminación. El ensayo consiste en una viga sometida a flexión de 3 puntos, con la relación luz-espesor suficiente para que el fallo se dé por tensión cortante y no por tensiones de tracción o compresión; se utiliza la norma ASTM D-2344.

Este método mide la resistencia interlaminar aparente del material, ya que las hipótesis realizadas al obtener la ecuación que se utiliza para medir la resistencia interlaminar es válida para vigas largas. Además de esta limitación, se producen concentraciones de tensiones en la zona cargada y en los apoyos; por lo tanto, no es adecuado para generar información de diseño. La ecuación que se utiliza es:

$$\tau = \frac{3P}{4bd} \quad (1)$$

donde b y d son la anchura y el espesor, respectivamente, y P la carga máxima.

2.2.2 Viga en Doble Voladizo (VDV); Double Cantilever Beam (DCB)

Se cortan probetas con unas dimensiones de 170 x 25 x 2.6 mm quedando una pregrieta de teflón de 25 mm en uno de sus extremos. Se adhieren un par de bisagras que, amarradas a la máquina de ensayos, permiten la apertura de la grieta. Los ensayos se han realizado en una máquina de ensayos universal INSTRON 4206, equipada con una célula de 5 kN. La velocidad de desplazamiento utilizada ha sido de 2 mm/min.

Los valores de la tasa crítica de liberación de energía en modo I G_{Ic} , en función de la posición del frente de grieta, se determinan mediante la ecuación:

$$G_{IC} = \frac{3P_c\delta_c}{4ba} \quad (2)$$

donde los valores P_c y δ_c son los valores críticos correspondientes al crecimiento de la grieta.

2.2.3 Flexión con entalla final (FEF); End Notched Flexure (ENF)

Se han cortado probetas con unas dimensiones de 170 x 25 x 2.6 mm quedando una pregrieta de teflón de 30 mm en uno de sus extremos. Las probetas se han sometido a ensayos de flexión en 3 puntos para propagar la grieta en el plano medio del laminado, siendo la distancia entre apoyos de 100 mm. Para ello se ha utilizado una máquina de ensayos universal, INSTRON

4206 equipada con una célula de 5 kN. La velocidad de desplazamiento utilizada ha sido de 2 mm/min.

A partir de las cargas de rotura y de las flechas correspondientes, se ha calculado la tasa crítica de liberación de energía en modo II G_{IIc} , basada en la teoría clásica de vigas y cuya expresión es:

$$G_{IIc} = \frac{9a^2 P_c \delta_c}{4b((2L^3 + 3a^3))}$$
(3)

donde P_c y δ_c son los valores crítcos de P y δ , correspondientes al avance de la grieta.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Cizalladura en Viga Corta (CVC)

Los resultados que se proporcionan en la tabla I corresponden a ensayos de flexión donde se ha ido variando la relación luz/espesor. A menor relación, la tensión cortante interlaminar adquiere mayor importancia y la rotura es interlaminar. A medida que se aumenta esta relación, las tensiones de tracción y compresión en los extremos de la sección media tienen mayor importancia, por lo que el fallo no es ya interlaminar.

L/d	4	6	8	10	12	14	18
$\sigma_{max}(MPa)$	538	547	643	760	819	895	880
τ_{max} (MPa)	67	46	40	38	34	32	24

Tabla I. Ensayos SBS en la matriz base.

La variación de la resistencia interlaminar con el porcentaje en PSu viene recogida en la siguiente tabla:

%Psu	0%	5%	15%
τ _m (MPa)	48	44	43

Tabla 2. Valores de la resistencia interlaminar aparente para distintas concentraciones de PSu.

3.2 Viga en Doble Voladizo (VDV)

Se ha observado que los resultados obtenidos para el sistema estudiado aplicando este tipo de ensayo apenas dependen de la localización del frente de grieta. Los valores de G_{lc} se incrementan poco al crecer la grieta en longitud, por lo que en este caso el fenómeno de puentes de fibra entre las superficies de la grieta, que suele ser el causante de que el valor de G_{lc} crezca según avanza la grieta, no interviene de manera notable. Todas las grietas iniciales fueron generadas propagando ligeramente la grieta inicial (5-10 mm) más allá del final de los films de Teflón, para evitar la bolsa de matriz que se produce en esta zona.

En la fig. 1 se muestran los valores de G_{Ic} en función de la longitud de la grieta, para la matriz sin modificar.



fig. 1. Valores de G_{Ic} en función de a

En la tabla 3 se proporcionan los valores de G_{Ic} en función del porcentaje de Psu en la matriz:

Psu	0%	5%	15%
$G_{lc}(J/m^2)$	317	330	410

Tabla 3. Valores de G_{Ic} para distintas concentraciones de PSu

3.3 Flexión con entalla final (FEF)

Se ha utilizando cada probeta varias veces, desplazándola respecto a los apoyos para tener siempre la misma longitud de grieta. Como en el caso de VDV, se propaga la grieta inicial para evitar la bolsa de resina anteriormente mencionada. Los valores de G_{IIc} se han calculado a partir de la ecuación (3). En la tabla 2 se muestran los valores de G_{IIc} para los distintos composites modificados.

PSu	0%	5%	15%
$G_{IIc}(J/m^2)$	509	537	706

Tabla 4. Valores de G_{IIc} para distintas concentraciones de PSu.

4. CONCLUSIONES

El ensayo CVC está asociado a los estados de tensiones que se obtienen en la teoría clásica de vigas y por lo tanto, los materiales a ensayar deben comportarse como los materiales isótropos en flexión de vigas. La necesidad de utilizar relaciones luz/espesor pequeñas induce a que las hipótesis de la teoría clásica de vigas no se cumplan. A estos problemas, habría que añadir las concentraciones de tensiones que se producen en el punto de carga y en los apoyos. Por lo tanto, esta resistencia interlaminar se denomina aparente y tiene únicamente valor comparativo.

En los resultados no se aprecia una clara influencia de la inclusión de PSu en los valores de la resistencia interlaminar aparente del laminado.

Los ensayos VDV y FEF, relacionados con los modos de fractura I y II respectivamente, proveen de un nuevo método, que mide la energía liberada en el crecimiento de la grieta. Las expresiones que se emplean para este cálculo están basadas en la teoría elemental de vigas y no se ha tenido en cuenta el efecto de las deformaciones angulares.

Los resultados de los ensayos de fractura muestran que la adición de PSu mejora la tasa crítica de liberación de energía en ambos casos, debido a que la inclusión de PSu permite que el material absorba mayor energía de deformación. Por lo tanto, las áreas contenidas en los diagramas carga- desplazamiento son mayores y en un pequeño avance de grieta el área contenida en el diagrama carga-descarga es mayor, tal como puede verse en la figura 2. Este área está relacionada con G según la ecuación (4), dond *b* es el ancho de la probeta y Δa la variación de longitud de grieta.



fig.2. Avance de grieta en el diagrama carga-desplazamiento

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen el Gobierno Vasco la financiación concedida al proyecto de investigación PI/96: Influencia de las condiciones de curado/modificación de la matriz/tratamiento de la fibra/modificación interlaminar en la respuesta mecánica a diversas solicitaciones de materiales compuestos basados en fibras de carbono y matrices epoxi tetrafuncionales.

5. REFERENCIAS

[1] S.M. Lee, "Influence of Fiber/Matrix Interfacial Adhesion on Composite Fracture Behavior". *Compos. Sci. Tech.*, 43, **317-327** (1992).

[2] E.M. Woo y K.L. Mao, "Evaluation of Interlaminar-Toughened Poly(Ether Imide)-Modified Epoxy/Carbon Fiber Composites". *Polym. Compos.*, 17, **799-805** (1996).

[3] A. Lowe, "Matrix-Dominated Tensile Behavior of Unidirectional T300/914 and Structural Modelling of the Material". *J. Mater. Sci.*, 31, **983-993** (1996).

[4] D.F. Adams y E.Q. Lewis, "Current Status of Composite Material Shear Test Methods". *SAMPE J.*, 31, **32-41** (1994).

[5] S. Zhao, M. Gaedke, y R. Prinz, "Mode II Delamination Behavior of Carbon/Epoxy Composites". *Adv. Comp. Mater.*, 4, **111-127** (1994).

[6] L.T. Drzal y M. Madhukar, "Fibre-Matrix Adhesion and its Relationship to Composite Mechanical Properties". *J. Mater Sci*, 28, **569-610** (1993).

[7] J.M. Whitney, *Composite Material Series vol. 5: Interlaminar Response of Composite Materials*, **162-213**, Ed. Elsevier (1989), Amsterdam

[8] P. Davies y M.L. Benzeggagh, *Composite Material Series vol. 6: Application of Fracture Mechanics to Composite Materials*, **82-112**, Ed. Elsevier (1989), Amsterdam

[9] L.A. Carlsson y J.W. Gillespie Jr., *Composite Material Series vol. 6: Application of Fracture Mechanics to Composite Materials*, **113-157**, Ed. Elsevier (1989), Amsterdam